

THESIS / THÈSE

DOCTOR OF SCIENCES

Influence of the water vapor concentration into the reactive plasma during the deposition of chromium oxynitrides layers on steel

Agouram, Said

Award date:
2003

Awarding institution:
University of Namur

[Link to publication](#)

General rights

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
- You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal ?

Take down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.

Table des matières

Introduction.....	1
 Chapitre 1 : Production de couches minces Cr_xN_y et $\text{Cr}_x\text{N}_y\text{O}_z$ sous vide par pulvérisation cathodique.	7
1.1 Propriétés de couches minces Cr_xN_y et $\text{Cr}_x\text{N}_y\text{O}_z$	9
1.1.1 Les nitrures de chrome	9
1.1.2 Les oxydes de chrome	11
1.1.3 Les oxynitrures de chrome	13
1.2 Pulvérisation cathodique	16
1.2.1 Mécanisme de la pulvérisation	17
1.2.2 Caractéristiques liées à la pulvérisation	18
1.2.3 Plasma froid.....	22
1.2.3.1 Processus réactionnels en phase gazeuse	24
1.2.3.2 Processus réactifs aux surfaces	24
1.2.4 Caractérisation des décharges gazeuses	26
1.2.4.1 Principe de base et phénomène d’amorçage en tension continue	26
1.2.4.2 Caractéristiques de la décharge	28
1.2.4.3 Architecture de la décharge.....	29
1.2.4.4 Variation du potentiel entre les deux électrodes d’une décharge.....	31
1.2.5 Pulvérisation cathodique magnétron	32
1.2.5.1 Champ magnétique parallèle au champ électrique.....	33
1.2.5.2 Champ magnétique perpendiculaire au champ électrique.....	34
1.2.5.3 Différents types de magnétrons	35
1.2.6 La pulvérisation réactive	36
 Chapitre 2 : Méthodes de caractérisation des couches minces Cr-N-O.....	39
2.1 L’accélérateur linéaire ALTAÏS.....	41
2.2 Interaction ion-matière et la notion du pouvoir d’arrêt.	42
2.2.1 Notion de pouvoir d’arrêt.....	42
2.2.2 Etalement énergétique	45
2.3 La diffusion élastique de particules chargées. (RBS: Rutherford Backscattering Spectroscopy)	46
2.3.1 Le facteur cinématique	47
2.3.2 La section efficace de diffusion	49
2.3.3 Aspect expérimental.....	50
2.4 Réactions Nucléaires Résonantes.....	52
2.4.1 Réaction nucléaire résonante sur ^{15}N	52

2.4.2 Détection des rayonnements gamma.....	55
2.4.3 Exploitation des données.....	56
2.4.3.1 Echelle en profondeur	57
2.4.3.2 Echelle de concentration	58
2.5 Spectroscopie de Rayons X mous	60
2.5.1 Aspect fondamental.....	60
2.5.2 Notion du pouvoir d'arrêt et la profondeur d'excitation	62
2.5.3 Section efficace d'ionisation par des électrons	63
2.5.4 Dispositif expérimental	65
Chapitre 3 : Caractérisation des conditions de dépôts.....	67
3.1 Géométrie du système	69
3.2 Procédure expérimentale	73
3.2.1 Préparation de l'air humide	73
3.2.2 Préparation des substrats	74
3.3 Evolution de la température durant le processus de dépôt	75
3.4 Etude du comportement de la cathode	76
3.4.1 La nitruration et la dénitruration de la cathode	76
3.4.2 L'oxydation et la désoxydation de la cathode	78
3.5 Evolution des pressions partielles dans le plasma.....	80
3.5.1 Plasma Argon-Azote	80
3.5.2 Plasma Argon-Air sec	81
3.5.3 Effet de l'humidité relative sur les pressions partielles.....	82
3.5.4 Effet de l'humidité relative sur la pression partielle de la vapeur d'eau.....	84
3.5.5 Phénomène d'hystérésis des pressions partielles	85
3.6 Etude des vitesses de dépôts.....	87
3.6.1 Variation de la vitesse de dépôt en fonction de la puissance	88
3.6.2 Variation de la vitesse de dépôt en fonction de la pression	89
3.6.3 Variation de la vitesse de dépôt en fonction du flux d'azote	90
3.6.4 Variation de la vitesse de dépôt en fonction du flux d'air sec	93
3.6.5 Effet de l'humidité relative de l'air sur la vitesse de dépôt.....	95
Chapitre 4 : Composition élémentaire et identification des composés formés dans les films Cr_xN_y et $\text{Cr}_x\text{N}_y\text{O}_z$.....	99
4.1 Caractérisation des films Cr_xN_y	101
4.1.1 Caractérisation par RBS	101
4.1.2 Caractérisation par RNRA	104
4.1.3 Caractérisation par LEEIXS	110
4.1.3.1 Analyse des échantillons standards	110
4.1.3.2 Interprétation des spectres.....	113
4.1.3.3 Analyse des échantillons de Cr_xN_y	115

4.1.4 Discussion des résultats.....	117
4-2 Caractérisation des films $\text{Cr}_x\text{N}_y\text{O}_z$	122
4.2.1 Caractérisation par RBS	122
4.2.2 Caractérisation par RNRA	130
4.2.2.1 Effet de l'humidité relative sur la concentration en azote.....	130
4.2.2.2 Effet de l'humidité relative sur la teneur en hydrogène	131
4.2.3 Caractérisation par LEEIXS.....	137
4.2.3.1 Décomposition des spectres	137
4.2.3.2 Discussion	138
4.2.4 Caractérisation par XPS	144
4.2.4.1 Résultats et discussion.....	144
4.2.4.2 Discussion sur le mécanisme de formation de $(\text{CrO}_2)_3\text{N}$:	151
4.2.5 Profils ToF-SIMS.....	153
4.3 Synthèse du chapitre.....	155
Conclusion générale et perspectives	159
Annexe.....	165
Bibliographie.....	171